

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-277239

(43)Date of publication of application : 06.10.2000

(51)Int.Cl.

H05B 3/14  
C04B 35/581  
C04B 37/00  
H05B 3/20

(21)Application number : 11-076774

(71)Applicant : SUMITOMO OSAKA CEMENT CO LTD

(22)Date of filing : 19.03.1999

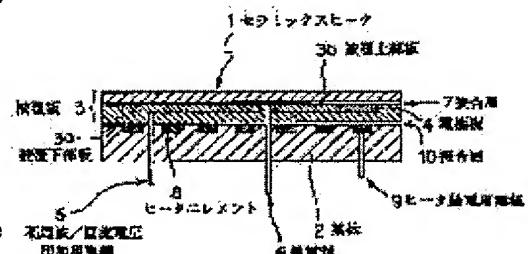
(72)Inventor : ENDO KAZUNORI  
SHIBUKAWA KAZUNORI  
WATANABE TSUYOSHI  
INOUE KATSURO  
MURAKAMI YOSHIHIKO  
HASHIMOTO MASAYUKI  
IKUHARA YUKIO

## (54) CERAMIC HEATER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To improve airtightness of a junction part and secure it for a long period of time by airtightly joining a coating plate of ceramic sintered product for covering the whole area of a junction surface of a substrate and the substrate of ceramic sintered product with an adhesive and forming an oxynitride glass layer containing specific elements on an junction interface.

**SOLUTION:** A substrate 2 of a ceramic sintered product provided with a recessed groove on its surface and a coating lower plate 3a of ceramic sintered product sandwich and support a heater element 8 in a recessed groove. Junction parts 7, 10 for airtightly joining between the substrate 2 and the coating lower plate 3a and between the coating lower plate 3a and an upper plate 3b for sandwiching and supporting the electrode plate 4 and the substrate 2 and the coating lower plate 3a are formed as an oxynitride glass layer, containing two kinds of elements selected from group IIIa of the periodic table, aluminum, and silicon so as to improve airtightness of the junction parts 7, 10 and secure airtightness over a long period of time. Thus, the glass layer of this composition has good wettability with the ceramic sintered product and has superior junction strength, satisfactory airtightness of the junction parts 7, 10, small dispersion in the junction strength, and superior heat resistance.



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-277239

(P2000-277239A)

(43)公開日 平成12年10月6日 (2000.10.6)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-コ-ト <sup>8</sup> (参考)
H 05 B 3/14		H 05 B 3/14	B 3 K 0 3 4
C 04 B 35/581		C 04 B 37/00	A 3 K 0 9 2
37/00		H 05 B 3/20	3 2 8 4 G 0 0 1
H 05 B 3/20	3 2 8	C 04 B 35/58	1 0 4 Y 4 G 0 2 6

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全7頁)

(21)出願番号 特願平11-76774

(22)出願日 平成11年3月19日 (1999.3.19)

(71)出願人 000183266  
住友大阪セメント株式会社  
東京都千代田区神田美士代町1番地  
(72)発明者 遠藤 和則  
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社新材料事業部内  
(72)発明者 渋川 和典  
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セメント株式会社新材料事業部内  
(74)代理人 100075199  
弁理士 土橋 鮎

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 セラミックスヒータ

(57)【要約】

【課題】 接合部の気密性を向上させると共に、その気密性を長期に亘って確保することにより、反応チャンバー内が汚染される虞がなく、また接合部の気密性が損なわれても反応チャンバー内が汚染される虞がなく、更にヒータエレメントが破断する虞がない、製品寿命に優れたセラミックスヒータを提供することを課題とする。

【解決手段】 セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板とを備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持されたヒータエレメントと、このヒータエレメントに一端が接続された少なくとも1対のヒータ給電用電極とを備え、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 IIIa 属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素とを含むオキシナイトライドガラス層が形成されているように構成する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板とを備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持されたヒータエレメントと、このヒータエレメントの一端が接続された少なくとも1対のヒータ給電用電極とを備え、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素とを含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることを特徴とするセラミックスヒータ。

【請求項2】前記ヒータエレメントは、添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が $2.8\text{ g/cm}^3$ 以上、室温での電気比抵抗が $0.1\Omega\text{ cm}$ 以下の炭化珪素焼結体からなることを特徴とする請求項1に記載のセラミックスヒータ。

【請求項3】前記セラミックス焼結体は窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体であることを特徴とする請求項1に記載のセラミックスヒータ。

【請求項4】前記被覆板の内部に、高周波電圧及び/又は直流電圧の印加によりプラズマ発生用電極及び/又は静電吸着用電極として作用する金属製の電極板を設けたことを特徴とする請求項1に記載のセラミックスヒータ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、反応チャンバー内に設置され、ウエハ等の被加熱物の加熱に用いられて、反応チャンバー内を汚染させることなく、耐久性にも優れたセラミックスヒータに関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、反応チャンバー内に設置され、ウエハ等の被加熱物の加熱に用いられるセラミックスヒータとしては、表面に凹溝を設けられたセラミックス製基板と、該凹溝に充填された導電性セラミックス製のヒータエレメントと、前記基板と前記ヒータエレメントの全領域を覆い、被加熱物を載置するセラミックス製被覆板と、前記ヒータエレメントに一端が接続された少なくとも1対の電極を少なくとも備えたものが知られている。

【0003】【問題点】この従来のセラミックスヒータにあっては、前記セラミックス製基板と前記セラミックス製被覆板とは各種の耐熱性接合剤を用いて接合されているが、繰り返しの昇温、降温の熱負荷や、高温雰囲気に長時間晒されるため、次のような問題点が惹起していた。

【0004】① 接合部に微細なクラックが入りやすく、気密性を長期に亘り確保できない。導電性セラミックスを用いた従来のヒータエレメントにあっては、焼結助剤や導電性を付与するための添加剤（これらの添加剤を単に「添加剤」という）が添加されているが、これら

の添加剤が蒸発し、気密性が失われた前記接合部を通じて反応チャンバー内に流入し、半導体基板の汚染源となる。

【0005】② 導電性セラミックスを用いた従来のヒータエレメントは、添加剤は母材とは異種物質であるため均一分散化が困難であり、そのため局所的な異常発熱が起こりやすく、この異常発熱により接合層の一部が溶融して前記接合部にリーキが生じて気密性が損なわれ、前記と同様に、前記添加剤が半導体基板の汚染源となる。

【0006】③ 導電性セラミックスを用いた従来のヒータエレメントは、高温強度が充分でないため、熱衝撃による変形、破損が起こりやすい。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来技術の前記問題点に鑑みてなされたものであり、その課題とするところは、接合部の気密性を向上させると共に、その気密性を長期に亘り確保することにより、反応チャンバー内が汚染される虞がなく、また接合部の気密性が損なわっても反応チャンバー内が汚染される虞がなく、更にヒータエレメントが破断する虞がない、製品寿命に優れたセラミックスヒータを提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】前記課題を効果的に解決できる具体的に構成した手段として、請求項1に係るセラミックスヒータは、セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板とを備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持されたヒータエレメントと、このヒータエレメントの一端が接続された少なくとも1対のヒータ給電用電極とを備え、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素とを含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることを特徴とするものである。

【0009】また、請求項2に係るセラミックスヒータは、前記ヒータエレメントは、添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が $2.8\text{ g/cm}^3$ 以上、室温での電気比抵抗が $0.1\Omega\text{ cm}$ 以下の炭化珪素焼結体からなることを特徴とする。

【0010】また、請求項3に係るセラミックスヒータは、前記セラミックス焼結体は窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体であることを特徴とする。

【0011】また、請求項4に係るセラミックスヒータは、前記被覆板の内部に、高周波電圧及び/又は直流電圧の印加によりプラズマ発生用電極及び/又は静電吸着用電極として作用する金属製の電極板を設けたことを特徴とする。

## 【0012】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について図示説明する。ただし、この実施の形態は、発明の趣旨をより良く理解させるため具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、発明内容を限定するものではない。

【0013】この実施の形態において、図1および図2に示すように、セラミックスヒータ1は、表面に凹溝12が設けられたセラミックス焼結体製の基体2と、凹溝に装填されたヒータエレメント8と、基体2とヒータエレメント8の全領域を覆い、被加熱物を載置するセラミックス焼結体製の被覆板3と、ヒータエレメント8に一端が接続され、耐熱性に優れたニッケルにより形成されたヒータ給電用電極9と、被加熱物を載置する被覆板3の温度を測定する熱電対6とを備えている。

【0014】そして、基体2と被覆板3とはガラス質接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されており、接合後の接合層10の厚みが5~180μmとなるよう構成されている。

【0015】また、ヒータエレメント8は、添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が2.8g/cm<sup>3</sup>、室温での電気比抵抗が0.1Ωcm以下炭化珪素焼結体から形成されている。

【0016】更に、前記セラミックス焼結体は、熱伝導性、機械的強度、耐プラズマ性に優れることから窒化アルミニウム焼結体、または窒化アルミニウム基焼結体により形成されており、この窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体は公知の方法にて製造したもの用いることができる。

【0017】更に、被覆板3は、上面に凹溝11が形成されたセラミックス焼結体製の被覆下部板3aと、この凹溝11に装填された金属製の電極板4と、被覆下部板3aと電極板4の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆上部板3bと、電極板4に一端が接続され、耐熱性に優れたニッケルにより形成された高周波/直流電圧印加用電極5を備えている。この電極板4には、プラズマ発生用の高周波電圧及び/又は静電吸着用の直流電圧を印加し、プラズマ発生用電極及び/又は静電吸着用電極として作用させる。

【0018】そして、被覆下部板3aと被覆上部板3bとはガラス質接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されており、接合後の接合層7の厚みが5~180μmとなるよう構成されている。

【0019】以下、本発明を構成する各構成要件について、詳述する。

【ガラス質接合剤】ヒータエレメント8を挟持する基体2と被覆下部板3aとの間、及び電極板4を挟持する被

覆下部板3aと被覆上部板3bとの間を気密に接合するガラス質接合層として、周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素、アルミニウム、珪素を含有するオキシナイトライドガラス層を形成させるとした理由は次のとおりであり、このガラス質接合層を形成させることにより、前記接合部7、10の気密性を大幅に向かせ得ると共に、この気密性を長期に亘って確保し得る。

【0020】即ち、前記成分を有するオキシナイトライドガラスはセラミックス焼結体との濡れ性が良好であり、接合強度が優れ、接合部7、10の気密性が良好で、接合強度のバラツキも小さく、耐熱性にも優れている。

【0021】前記成分を含有するオキシナイトライドガラスの熱膨張係数は3×10<sup>-6</sup>~8×10<sup>-6</sup>/℃であり、例えばセラミックス焼結体の中で好適に使用される窒化アルミニウム焼結体の熱膨張係数(3.8×10<sup>-6</sup>~4.7×10<sup>-6</sup>/℃)と一致もしくは近似し、もって繰り返しの昇温、降温の熱負荷時の熱応力による接合層7、10の破損、即ちクラックの発生を回避することができ、前記接合層7、10の気密性を長期に亘って確保することができる。

【0022】また、前記の成分を含有するオキシナイトライドガラス層のガラス軟化点T<sub>g</sub>は850~950℃と高く、高温雰囲気に長時間晒されても接合層7、10が劣化しない。

【0023】前記オキシナイトライドガラス層を形成し得る接合剤は、例えば以下のようにして製造することができる。まず、接合材原料粉末として、例えば周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素の酸化物と、二酸化珪素と、酸化アルミニウムとを混合するか、または熱処理によりこれらに変化する化合物を混合する。ここに、周期表第IIIa族元素の酸化物としては特に限定されずY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等を例示することができる。

【0024】これらのうち、価格、入手のしやすさの点から、用いる周期表第IIIa族元素の酸化物の1つはY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が最適であり、他の周期表第IIIa族元素の酸化物はこのY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と全率固溶体を形成しやすいDy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が好適であり、特にDy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は価格の点からも好適である。

【0025】また、前記各成分の組成比率も特に限定されないが、周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素の酸化物を含量で20~50重量%、二酸化珪素を30~70重量%、酸化アルミニウムを10~30重量%含む溶融体が形成されるように配合するが、得られる溶融体の融点が低く、またセラミックス部材等との濡れ性にも優れるので好ましい。更に、周期表第IIIa族元素が2種の場合は、周期表第IIIa族元素

の酸化物がモル比で約1:1となるように配合されるのが、接合材の融点が最も低くなるので好適である。

【0026】そして、上述の原料混合粉末を、例えば粒径5μm以下に粉碎し、1500~1700°Cで溶融した後急冷してガラス質の冷却物を得、これを粒径5μm程度に粉碎して均一組成の溶融体微粉末の接合剤を調整する。この接合材の調製時の雰囲気は特に限定されないが、窒素雰囲気下で行うとオキシナイトライドガラスが形成され、非窒素雰囲気下で行うとオキサイドガラスが形成される。

【0027】しかし、本発明にあっては接合界面にオキシナイトライドガラス層が形成されてなることが必須であるため、接合材の調製は窒素含有雰囲気下で行い、接合剤を予めオキシナイトライドガラス化させておくのが好ましい。窒素含有雰囲気は、N<sub>2</sub>ガス、H<sub>2</sub>—N<sub>2</sub>混合ガス又はNH<sub>3</sub>ガス等を用いることにより得られる。

【0028】また、前記接合材には、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>粉末及び/又はAIN粉末を外割りで1~50重量%配合することが好ましい。即ち、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>粉末やAIN粉末の添加は、このオキシナイトライドガラスの熱膨張係数を下げると共に耐熱性も向上する。配合率1重量%未満では添加する意味がなく、50重量%超では接合強度の低下をもたらすので好ましくない。添加するSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>粉末及び/又はAIN粉末の粒径は特に限定されないが、均一な濃度のオキシナイトライドガラスを形成させることができる点で平均粒径0.8μm以下のものが好ましい。

【0029】〔接合層の厚み〕基体2と被覆板3との接合後の接合層10の厚みを5~180μm、被覆下部板3aと被覆上部板3bとの接合後の接合層7の厚みを5~180μmとすることが好適な理由は、次のとおりであり、前記接合部の気密性を更に強固に確保することができる。

【0030】即ち、接合層10の厚みが5μm未満では、接合層10の端部におけるフィレットの形成が不十分であることから、接合部10の気密性を確保できず、また接合強度も不足する。一方、接合層10の厚みが180μm超では、接合層10の気密性は確保できるものの、接合強度の低下が起こりやすく、また、接合時の加熱処理により溶融したガラス質接合剤が接合層10の端部から流出して基体2と被覆下部板3aとを平行に接合することができず、もって製品歩留まりが低下し、また接合作業にも支障を来たす虞がある。

【0031】また、接合層7の厚みが5μm未満では、接合層7の端部におけるフィレットの形成が不十分であることから、接合部7の気密性を確保できず、また接合強度も不足する。一方、接合層7の厚みが180μm超では、接合層7の気密性は確保できるものの、接合強度の低下が起こりやすく、また、接合時の加熱処理により溶融したガラス質接合剤が接合層7の端部から流出して被覆下部板3aと被覆上部板3aとを平行に接合すること

ができず、もって製品歩留まりが低下し、また接合作業にも支障を来たす虞がある。

【0032】〔ヒータエレメント〕前記ヒータエレメント8の材質は、下記の理由から、添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が2.8g/cm<sup>3</sup>、室温での電気比抵抗が0.1Ω·cm以下の炭化珪素焼結体からなることが好ましい。そして、このヒータエレメント8に通電することにより、被覆板3を所定の温度に保持することができる。

【0033】このような炭化珪素焼結体からなるヒータエレメント8は、例えば、特開平4-65361号公報に記載されている概略下記のいずれかの方法で製造することができる。

① 平均粒子径が0.1~10μmの第1の炭化珪素粉末と、非酸化性雰囲気のプラズマ中にシラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を1気圧未満から0.1torrの範囲で制御しつつ気相反応させることによって合成された平均粒子径が0.1μm以下の第2の炭化珪素粉末とを混合し、これを加熱し焼結することによって炭化珪素焼結体を得て、この焼結体を所望のパターンに従って放電加工してヒータエレメントとする。

【0034】② 非酸化性雰囲気のプラズマ中にシラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を1気圧未満から0.1torrの範囲で制御しつつ気相反応させることによって合成された平均粒子径が0.1μm以下の炭化珪素粉末を加熱し、焼結することによって炭化珪素焼結体を得て、この焼結体を所望のパターンに従って放電加工してヒータエレメントとする。

【0035】しかし、これらのヒータエレメント8は添加剤無添加、即ち異種物質を添加することなく焼結された炭化珪素焼結体により形成されたものであるから、均質であり、その結果局所的な異常発熱はなく、接合層7、10の一部が溶融して前記接合部にリークが生じることはなく、接合層7、10の気密性を更に強固に確保し得るものである。

【0036】また、添加剤が無添加であることから極めて高純度であり、かつ、焼結密度が2.8g/cm<sup>3</sup>以上という高密度な焼結体であることから、前記接合部にリークが生じて気密性が損なわれても、ヒータエレメント8からの添加剤、即ち不純物の蒸発はなく、反応チャンバー内が汚染される虞はない。更に、高温高強度にも優れることから熱衝撃によるヒータエレメント8の変形や断線がなく、更に室温での電気比抵抗が1Ω·cm以下という低電気比抵抗であることからヒータエレメント8を細線化、薄膜化する必要はないことから、ヒータエレメント8が断線する虞はない。

【0037】〔電極板〕電極板4に印加用電極5を介してプラズマ発生用電源から高周波電圧を印加することに

より、プラズマを発生させることが可能となる。このとき、電極板4は0.025mm以上の充分な厚みT<sub>1</sub>を持った金属板であるため、①高周波電圧を印加しても発熱して焼き切れる虞がない他、②格子状またはメッシュ状の電極を用いた場合と異なり、全域に緻密、安定、且つ均一なプラズマを発生させることができ、③更に、電極板4と印加用電極5との連結を面／ロッド間で確実に行える等の利点を有する。

【0038】また、前記電極板4に印加用電極5を介して静電吸着用電源より500V程度の直流高電圧を印加すると、被覆板3が絶縁体として機能し、シリコンウエハ等の被吸着物を静電吸着させることができるとなる。なお、電極板4にプラズマ発生用電源の高周波電圧と静電吸着用電源の直流高電圧の両方を印加する場合には、高周波をカットできるフィルタを静電吸着用電源と給電用電極間に設置すればよい。

【0039】更に、前記電極板4は、①セラミックスの熱膨張係数に近似する熱膨張係数を有すること、②接合工程中の熱処理温度及び雰囲気に安定であること、③固有抵抗値が低いこと、④室温～1000℃までの実用温度域での長期使用が可能である等の理由から、モリブデン、タンクステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなることが好ましい。

【0040】〔セラミックス焼結体〕前記基体2、前記被覆下部板3a、前記被覆上部板3bの材質は特に限定されるものではないが、熱伝導性、機械的強度、耐プラズマ性に優れ、CF<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>8</sub>等のプラズマクリーニングガスに対する耐久性に優れる等の理由から、窒化アルミニウム焼結体、または窒化アルミニウム基焼結体により形成されてなることが好ましい。この窒化アルミニウム焼結体や窒化アルミニウム基焼結体は公知の方法にて製造したもの用いることができる。

【0041】そして、この実施の形態に係るセラミックスヒータは、例えば、次のようにして製造することができる。表面に凹溝12を有する基体2、被覆下部板3aは、表面に凸部が形成された金型をセラミックス成形体板にプレス押圧し、焼結して形成する。焼結温度等の焼結条件は従来法に従えばよい。被覆上部板3も従来法に従って形成する。そして、電極板4を前記被覆下部板3aの凹溝11に、前記方法に従って形成されたヒータエレメント8を基体2の凹溝12にそれぞれ装填する。

【0042】次いで、微粉碎された前記ガラス質接合剤をスクリーンオイルと混合してペースト化し、このペースト状ガラス質接合剤を、凹溝12にヒータエレメント8が装填された基体2と被覆下部板3aのそれぞれの接合面、および凹溝11に電極板4が装填された被覆下部板3aと被覆上部板3bのそれぞれの接合面に塗布し、100～200℃で乾燥する。

【0043】その後、ガラス質接合剤が塗布された面を介して、基体2と、被覆下部板3aと、被覆上部板3b

と、ヒータエレメント8と電極板4とをそれぞれ挟持した状態で積層し、電気炉中で加熱してガラス質接合剤を溶融し、1300～1500℃で5～40分加熱して接合する。

【0044】この加熱は常圧又は10気圧程度以下の加圧下において行なわれる。加熱時の雰囲気は用いる接合剤により異なる。即ち、オキシナイトライドガラスを含有する接合剤を用いる場合は、接合剤が予めオキシナイトライド化しているため、非窒素含有雰囲気であっても良いが、好適には窒素含有雰囲気である。これに対して、オキサイドガラスを含有する接合剤を用いる場合は、オキサイドガラスをオキシナイトライド化するための窒素源が必要となり、窒素含有雰囲気で行う。なお、窒素含有雰囲気は、N<sub>2</sub>ガス、H<sub>2</sub>～N<sub>2</sub>混合ガスまたはNH<sub>3</sub>ガス等を用いることにより得られる。

【0045】加熱溶融した接合剤は冷却固化することにより接合強度を持ち得るようになるが、急速冷却を行わず徐冷することにより、窒素の取り込み量を高い状態で保持しつつオキシナイトライドガラス層の安定化を図ることが好ましい。冷却速度は50℃/min以下が好ましく、更に好ましくは30℃/min以下である。

【0046】なお、接合後の接合層7、10の厚みをそれぞれ前記の範囲とするためには、微粉碎されたガラス質接合剤とスクリーンオイルとの量比、ペースト状ガラス質接合剤の塗布量、接合時の加熱温度、時間等の処理条件を適宜調整することにより行うことができる。

【0047】

【実施例】以下、実施例を詳述する。

【実施例1～5】表面に幅5mm、深さ3mmのヒータエレメント装填用のスパイラル状凹溝が設けられた直径220mm、厚み15mmの窒化アルミニウム焼結体製の基体と、表面に直径200mm、深さ0.3mmの電極板装填用の円盤状凹溝が設けられた直径220mm、厚み8mmの窒化アルミニウム焼結体製の被覆下部板と、直径220mm、厚み1mmの窒化アルミニウム焼結体製の被覆上部板を従来法に従って形成した。

【0048】一方、焼結助剤や導電性を付与するための添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が3.1g/cm<sup>3</sup>、室温での電気比抵抗が0.05Ω·cmの炭化珪素焼結体からなり、前記スパイラル状凹溝に装填し得る形状のヒータエレメントを、前記段落番号【0031】の製造方法①により形成した。第1の炭化珪素粉末の平均粒径は0.7μm、添加量は95重量%、第2の炭化珪素の平均粒径は0.01μm、添加量は5重量%であり、ホットプレス焼結条件はプレス圧400kg/cm<sup>2</sup>、焼結温度2200℃、焼結時間90分である。また、電極板として、直径200mm、厚み0.3mmのモリブデン金属板を用意した。

【0049】次いで、表1に示す組成を有するガラス質接合剤（粒径約2μm）を市販のスクリーンオイルと混

合してペースト化し、このペースト状ガラス質接合剤を、前記スパイラル状凹溝に前記ヒータエレメントが装填された前記セラミックス焼結体製基体と前記セラミックス焼結体製被覆下部板のそれぞれの接合面、及び前記円盤状凹溝に前記モリブデン製電極板が装填された前記セラミックス焼結体製被覆下部板と前記セラミックス焼結体製被覆上部板のそれぞれの接合面に塗布し、100~200 °Cで乾燥した。

【0050】その後、ガラス質接合剤が塗布された面を介して、前記セラミックス焼結体製基体下部板と、前記セラミックス焼結体製基体上部板と、前記セラミックス焼結体製被覆板と、前記ヒータエレメントと前記電極板とをそれぞれ挟持した状態で積層し、N<sub>2</sub>ガス雰囲気の電気炉中で加熱してガラス質接合剤を溶融し、1400°Cで20分加熱して気密に接合した。冷却速度は25 °C/min、接合後の接合層の厚みは共に50 μmであった。また、接合界面にはオキシナイトライドガラスが形成されていることを、オージェ電子分光法により確認し

た。

【0051】このようにして得られたセラミックスヒータの、窒化アルミニウム焼結体製基体と窒化アルミニウム焼結体製被覆下部板との接合部の気密性を確認するために、耐久性試験に供した。試験結果を表1に示す。なお、耐久性試験の概要は下記のとおりである。

【0052】セラミックスヒータに通電して、室温から最高温度700°Cまで1時間で昇温し、最高温度に30分間保持し、その後室温まで徐冷する。このヒートサイクルを100回負荷した後の前記接合部の気密性を、Heガスを用いたリークテストにより試験した。なお、気密性の評価基準は下記のとおりである。

○: Heリーク量が10<sup>-9</sup> torr · l / sec 以下  
 △: Heリーク量が10<sup>-9</sup>~10<sup>-8</sup> torr · l / sec  
 ×: Heリーク量が10<sup>-8</sup> torr · l / sec 以上

【0053】

【表1】

	接合剤原料粉末組成(重量%)				気密性
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
実施例1	15	10	25	50	○
実施例2	15	15	25	45	○
実施例3	15	15	20	50	○
実施例4	20	20	20	40	○
実施例5	25	25	15	35	○

【0054】【比較例1~4】実施例1~5に準じてセラミックスヒータを作製し、耐久性試験に供した。ただし、ガラス質接合剤の組成は表2に示すとおりである。

【0055】

【表2】

	接合剤原料粉末組成(重量%)				気密性
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
比較例1	0	20	40	40	×
比較例2	0	35	20	45	△
比較例3	0	40	10	50	×
比較例4	20	0	40	40	×
比較例5	35	0	20	45	△
比較例6	40	0	10	50	×

【0056】

【発明の効果】以上のように、本発明のセラミックスヒータにあっては、セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板とを備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持されたヒータエレメントと、このヒータエレメントに一端が接続された少なくとも1対のヒータ給電用電極とを備え、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素とを含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることにより、接合部の気密性を大幅に向上で

き、その気密性を長期に亘って確保できて、反応チャンバー内の汚染を防止し、また接合部の気密性が損なわれても反応チャンバー内の汚染を生じることがなく、ヒータエレメントの破断を防ぎ、製品寿命を長くすることができる。

【0057】また、請求項2に係るセラミックスヒータでは、前記ヒータエレメントは添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が2.8g/cm<sup>3</sup>以上、室温での電気比抵抗が0.1Ω cm以下の炭化珪素焼結体からなることにより、接合部の気密性が損なわれた場合にあっても、添加剤の蒸発等により引き起こされる反応チャンバー内の汚染を生じることがなく、さらにまた高温強度

に優れているためヒータエレメントの破断を防止することができて長寿命化することができる。

【0058】また、請求項3に係るセラミックスヒータでは、前記セラミックス焼結体が塗化アルミニウム焼結体または塗化アルミニウム基焼結体であることから、熱伝導性、機械的強度、耐プラズマ性に優れ、耐久性が向上し、製品寿命を長くすることができる。

【0059】また、請求項4に係るセラミックスヒータでは、前記被覆板の内部に、高周波電圧及び／又は直流電圧の印加によりプラズマ発生用電極及び／又は静電吸着用電極として作用する金属製の電極板を設けたことにより、高周波電圧を印加することでプラズマを発生することができ、また直流電圧を印加することで被覆板が絶縁体として機能し、シリコンウエハ等の被吸着物を静電吸着することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態におけるセラミックスヒー

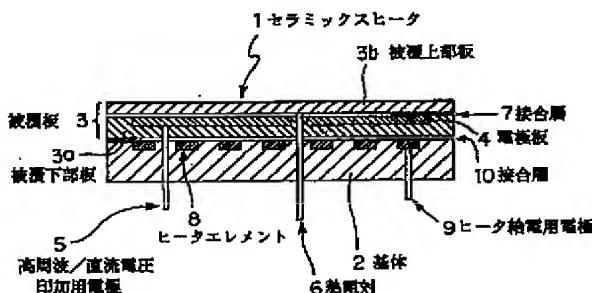
タを示す縦断面図である。

【図2】本発明の実施の形態におけるセラミックスヒータを示す縦断面分解説明図である。

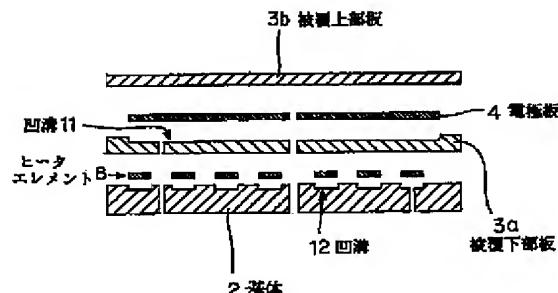
#### 【符号の説明】

- 1 セラミックスヒータ
- 2 基体
- 3 セラミックス焼結体製の被覆板
- 3a 被覆下部板
- 3b 被覆上部板
- 4 金属製の電極板
- 5 高周波／直流電圧 印加用電極
- 6 热電対
- 7 接合層
- 8 ヒータエレメント
- 9 ヒータ給電用電極
- 10 接合層
- 11, 12 凹溝

【図1】



【図2】



#### フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 剛志

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 井上 克郎

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 村上 嘉彦

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 橋本 昌幸

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 生原 幸雄

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

F ターム(参考) 3K034 AA02 AA03 AA16 AA22 AA27

AA37 BA05 BA06 BA14 BA20

BB06 BB14 BC08 BC15 BC17

JA01

3K092 PP20 QA05 QA10 QB45 QB74

RC02 RF03 RF11 RF25 RF27

RF30 TT06 VV40

4G001 BB36 BD03 BD37 BE31

4G026 BA16 BB14 BE04 BF02 BF45

BG05 BG27 BH06